

Silica having higher density useful for production of dispersions is prepared by hydrophobising pyrogenically produced silica and compacting it

Patent number: DE19961933
Publication date: 2001-07-26
Inventor: MICHAEL GUENTHER (DE); KASACK VOLKER (DE);
NOWACK RUEDIGER (DE)
Applicant: DEGUSSA (DE)
Classification:
- **international:** **C01B33/18; C09C1/30; C01B33/00; C09C1/28;** (IPC1-7): C01B33/18
- **europaean:** C01B33/18; C09C1/30D12
Application number: DE19991061933 19991222
Priority number(s): DE19991061933 19991222

[Report a data error here](#)

Abstract of DE19961933

Hydorphobic, pyrogenically produced silica having a tamped density of 55 - 200 g/l is produced by hydrophobising pyrogenically produced silica and then compacting it.

Data supplied from the **esp@cenet** database - Worldwide



①⑨ **BUNDESREPUBLIK
DEUTSCHLAND**



**DEUTSCHES
PATENT- UND
MARKENAMT**

⑫ **Offenlegungsschrift**
⑩ **DE 199 61 933 A 1**

⑤① Int. Cl.⁷:
C 01 B 33/18

②① Aktenzeichen: 199 61 933.6
②② Anmeldetag: 22. 12. 1999
④③ Offenlegungstag: 26. 7. 2001

DE 199 61 933 A 1

⑦① Anmelder:
Degussa AG, 40474 Düsseldorf, DE

⑦② Erfinder:
Michael, Günther, Dr., 63791 Karlstein, DE; Kasack,
Volker, Dr., 63584 Gründau, DE; Nowack, Rüdiger,
63796 Kahl, DE

⑤⑥ Entgegenhaltungen:
EP 02 80 851 B1
EP 00 10 655 A1

Die folgenden Angaben sind den vom Anmelder eingereichten Unterlagen entnommen

Prüfungsantrag gem. § 44 PatG ist gestellt

⑤④ Hydrophobe Kieselsäure

⑤⑦ Hydrophobe, pyrogen hergestellte Kieselsäure mit einer Stampfdichte von 60 bis 200 g/l wird hergestellt, indem man pyrogen hergestellte Kieselsäure hydrophobiert und anschließend verdichtet. Sie kann zur Herstellung von Dispersionen verwendet werden.

DE 199 61 933 A 1

Beschreibung

Die Erfindung betrifft eine hydrophobe, pyrogen hergestellte Kieselsäure, ein Verfahren zu ihrer Herstellung und ihrer Verwendung.

- 5 Es ist bekannt, hydrophile, pyrogen hergestellte Kieselsäure zu verdichten (EP 0 280 854 B1). Nachteiligerweise nimmt mit zunehmender Stampfdichte, beziehungsweise Schüttgewicht die Verdickungswirkung linear ab. Zusätzlich nimmt die Dispergierbarkeit mit zunehmender Dichte ab. Dies zeigt sich durch eine unerwünschte Stippenbildung. Eine hydrophile, pyrogen hergestellte Kieselsäure kann daher nach der Verdichtung nur für eine begrenzte Anzahl von Einsatzzwecken verwendet werden.

- 10 Gegenstand der Erfindung ist eine hydrophobe, pyrogen hergestellte Kieselsäure, welche dadurch gekennzeichnet ist, daß sie eine Stampfdichte von 55 bis 200 g/l aufweist.

Bevorzugt kann die Stampfdichte 60 bis 200 g/l betragen.

- Ein weiterer Gegenstand der Erfindung ist ein Verfahren zur Herstellung der hydrophoben, pyrogen hergestellten Kieselsäure mit einem Schüttgewicht von 55 bis 200 g/l, welches dadurch gekennzeichnet ist, daß man pyrogen hergestellte 15 Kieselsäure auf bekanntem Wege hydrophobiert und anschließend verdichtet.

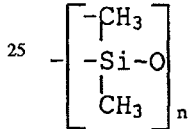
Bevorzugt kann die Hydrophobierung mittels halogenfreier Silane erfolgen. Der Chlorid-Gehalt der Kieselsäure kann gleich oder unter 100 ppm, bevorzugt 10 bis 100 ppm betragen.

Die Verdichtung kann mittels eines Walzenverdichters erfolgen. Bevorzugt kann die Verdichtung mittels eines Preßbandfilters gemäß EP 0 280 851 B1 erfolgen.

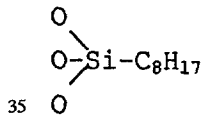
- 20 Als hydrophobe, pyrogen hergestellte Kieselsäure können zum Beispiel die Kieselsäuren:

Aerosil R 812 oder Aerosil R 812S, mit der Gruppierung $-\text{O}-\text{Si}(\text{CH}_3)_3$

Aerosil R 202, Aerosil MS 202, Aerosil MS 202, Aerosil R 106 oder Aerosil R 104, mit der Gruppierung



- 30 Aerosil R 805 mit der Gruppierung



verwendet werden.

Die erfindungsgemäße hydrophobe, pyrogene Kieselsäure mit einem Stampfgewicht von 55 bis 200 g/l weist die folgenden Vorteile auf:

- 40 Auf Grund der höheren Stampfdichte sind die Transportkosten deutlich niedriger.

Nach der Dispergierung liegt die erfindungsgemäße Kieselsäure in kleineren Aggregaten vor. Das heißt: Die Dispersionen sind feinteiliger, weil die erfindungsgemäße Kieselsäure besser dispergierbar ist.

Die mit der erfindungsgemäßen Kieselsäure hergestellten Dispersionen weisen einen kleineren Grindometerwert auf.

- 45 Sowohl die Transparenz, gemessen an UV-Transmission, als auch die visuelle Durchsichtigkeit der Dispersionen werden durch die Verwendung der erfindungsgemäßen Kieselsäure deutlich verbessert.

Die Dispersionen, die die erfindungsgemäße Kieselsäuren enthalten, zeigen eine deutlich erhöhte Stabilität, weil die Sedimentationsneigung deutlich geringer ist.

Ein weiterer Vorteil der erfindungsgemäßen Kieselsäure ist die reduzierte Staubbildung bei der Einarbeitung und die deutlich herabgesetzte Einarbeitungs- beziehungsweise Benetzungszeit in zum Beispiel flüssige Systemen.

- 50 Die Hydrophobie ist bei der erfindungsgemäßen Kieselsäure gegenüber der hydrophoben, pyrogenen Kieselsäure mit niedrigerem Schüttgewicht unverändert. Auch die Verdickungswirkung ist unverändert.

Beispiel 1

- 55 Es werden verschiedene hydrophobe, pyrogen hergestellte Kieselsäuren untersucht, wobei verschiedene Verdichtungs Zustände gegenübergestellt werden.

Es bedeuten:

lose = pulverförmige, unveränderte Kieselsäure

CF = mit Carterfilter verdichtete Kieselsäure

- 60 VV 60 = auf eine Stampfdichte von ca. 60 g/l verdichtete Kieselsäure

VV 90 = auf eine Stampfdichte von ca. 90 g/l verdichtete Kieselsäure

Untersucht werden die Aerosil-Typen R 202, US 202, US 204, R 812, R812S und R 805. Die Ergebnisse sind in der Tabelle 1 aufgeführt.

Die Methanolbenetzbarkeit zeigt Fig. 3.

- 65 Der Verdichtungsgrad hat praktisch keinen nennenswerten Einfluß auf die Hydrophobie, beurteilt nach der Methanolbenetzbarkeit nach Corning Glass. Auch die Viskosität zeigt keine deutliche systematische Abhängigkeit von der Stampfdichte. Insbesondere bei R 812 wird die Dispergierbarkeit mit steigender Dichte besser. R 812 S. das mehr SiOH-Gruppen enthält als R 812, zeigt obiges Phänomen weniger deutlich.

DE 199 61 933 A 1

US 202 und US 204 sind rheologisch gut miteinander vergleichbar und AEROSIL R 202 unterlegen.

Die verdichteten Varianten zeigen überraschender Weise insbesondere bei R 812, R 202 und US 202/4 eine um bis zur Hälfte verkürzte Einarbeitungszeit. Ferner zeigen die verdichteten Kieseisäuren eine geringere Staubentwicklung.

5

10

15

20

25

30

35

40

45

50

55

60

65

5
10
15
20
25
30
35
40
45
50
55
60
65

PA	Prüfmethode	444701	444702	444703	444704	444705	444706	444707	444708	444709	444710	444711	
0330	Viskosität Bpodd v. HÄ	459	456	382	430	190	184	185	178				
0335	Viskosität Bpodd n. HÄ	54,4	54,7	49,4	52,8	42	41,7	39	43				
0340	Verdickungswirkung									11,7	13,3	11,5	
0410	Gründmetzenwert									127	102	92	
0420	Methanalarbeitsbarkeit												
0701	Stampflichte	45	50	51	75	44	62	55	68	45	44	50	
0920	Agglomeratfestigkeit		11	20	18		15	15	20				
0930	Siebrückstand Handr.	0	24	4	27	0	36	7	19	0	0		
0955	Effektivität	258	274	203	266	235	260	236	258	166	185	169	
0965	Effektivität (UT)	280	290	226	295	271	284	270	288	197	213	209	
0975	Sediment (Effektivität)	15	15	15	8	10	15	10	5	13	15	8	
PA	Prüfmethode	444712	444713	444714	444715	444716	444717	444718	444719	444720	444721	444722	444723
0330	Viskosität Bpodd v. HÄ												
0335	Viskosität Bpodd n. HÄ												
0340	Verdickungswirkung	11,1	17,3	17,3	18,2	17							
0410	Gründmetzenwert	77	93	110	110	100							
0420	Methanalarbeitsbarkeit												
0701	Stampflichte	73	49	50	58	75	39	50	67	44	45	57	71
0920	Agglomeratfestigkeit	22				28		10	15			16	23
0930	Siebrückstand Handr.	12	0	0	0	4	0	27	36	0	0	3	20
0955	Effektivität	159	168	169	187	209	320	304	320	186	193	192	201
0965	Effektivität (UT)	225	201	200	216	235	336	327	346	223	225	225	230
0975	Sediment (Effektivität)	5	8	8	3	0	15	10	3	10	10	10	10

Untersuchung des Einflusses einer höheren Verdichtung auf anwendungstechnische Eigenschaften

		AE R 812, unver- dichtet UB 3847-1 10-kg- Sack	AE R 812, V-Ware RHE UB 3847-2 (4) 15-kg- Sack	AE R 812, V-Ware RHE UB 3847-3 (5) 20-kg- Sack	AE R 812 RHE Spezifik.	5 10 15
Stampfdichte (DIN ISO 787/11)	g/l	50	87	106	ca. 50	15
Effektivität, Ethanol (0955)		184	214	209	216 1)	
Effektivität (UT), Ethanol (0965)		218	260	290	236 1)	20
Sediment (Effektivität, Dissolver)	Vol.-%	10	1	1	1)	25

1. Bestimmt an Standardmuster (UB 3391)

Die Ergebnisse sind in den Fig. 1, 8 und 4 dargestellt Rhlogische Prüfung:

Polymer: Araldit M

Thixmittel: R 202 und R 812

Zusatz: -

Probe A R 812 10 kg 2-10123

Herstellungsdatum der Probe: 24.02.1994 Spindel:5

Lag. Zeit in Tagen	5 Upm [mPa*s]	50 Upm [mPa*s]	T.-I.
0	16600 80-85 µ	4460	3,72

Probe A R 812 15 kg 1,0/8 min

Herstellungsdatum der Probe: 24.02.1994 Spindel:5

Lag. Zeit in Tagen	5 Upm [mPa*s]	50 Upm [mPa*s]	T.-I.
0	15100 50-60 µ	4060	3,72

Probe A R 812 20 kg 0,6/14 min

Herstellungsdatum der Probe: 24.02.1994 Spindel:5

Lag. Zeit in Tagen	5 Upm [mPa*s]	50 Upm [mPa*s]	T.-I.
0	15100 50-60 µ	4020	3,73

Die Verdichtung kann eine Art Vordispersierung darstellen. Entsprechend erhöhen sich mit der Stampfdichte die Effektivitätswerte, das heißt die effektiv vorliegenden Teilchen in der Ethanoldispersion werden kleiner und die verdichteten Proben setzen sich deutlich weniger ab.

Entsprechend ist in Araldit der Grindometerwert der verdichteten Proben günstiger. Da die größeren Teilchen aber maßgeblich die Verdickungswirkung beeinflussen, geht diese mit der Verdichtung geringfügig zurück.

Der Graphik mit den Effektivitätswerten kann man entnehmen, daß die hoch verdichtete AEROSIL R 812-Probe zwar noch mit dem Ultra-Turrax (0965), aber nicht mehr mit dem Dissolver (0955) aufgeschlossen werden kann. Aufgrund der geringeren Oberfläche von AEROSIL R 202 (und der damit prinzipiell besseren Dispergierbarkeit) tritt dieses Phänomen bei AERO-SIL R 202 kaum auf.

5 Mit steigender Verdichtung werden die effektiv vorliegenden Teilchen in einer Ethanoldispersion also kleiner und die Streuung im 90-Grad-Winkel aufgrund der Rayleigh-Streuung größer. Die Totalstreuung (über alle Winkel) wird aber kleiner, die Proben werden für das Auge deutlich transparenter, was auch die UV-Transmissionsspektren belegen.

Die Verdichtung hat keinen Einfluß auf die Hydrophobie, die mit der des Standardmusters jeweils weitgehend übereinstimmt.

10

15

20

25

30

35

40

45

50

55

60

65

5

10

15

20

25

30

35

40

45

50

55

60

65

65 60 55 50 45 40 35 30 25 20 15 10 5

	AE R 812, unver- dichtet UB 3848-1 2-02024 10-kg- Sack	AE R 202, V-Ware RHE UB 3848-2 2-01024- (2) 15-kg-Sack	AE R 202, V-Ware RHE UB 3848-3 2-01024- (3) 20-kg-Sack	AE R 202 RHE Spezifik.
Stampfdichte (DIN ISO 787/11)	51	93	119	ca. 60 3)
Effektivität, Ethanol (0955)	319	334	336	334 1)
Effektivität (UT), Ethanol (0965)	346	365	373	339 1)
Sediment (Effektivität, Dissolver)	10	5	1	

1) Bestimmt an Standardmuster (UB 3391)

3) Richtwert

DE 199 61 933 A 1

Die verdichteten AEROSIL R 202-Proben verhalten sich analog zu den verdichteten AEROSIL R 812-Proben.
Bezüglich der Diskussion wird daher auf Beispiel 2 verwiesen.
Die Methanolbenetzbarkeit ist in der Fig. 5 graphisch dargestellt.

Patentansprüche

1. Hydrophobe, pyrogen hergestellte Kieselsäure, **dadurch gekennzeichnet**, daß sie eine Stampfdichte von 55 bis 200 g/l aufweist. 5
 2. Verfahren zur Herstellung der hydrophoben, pyrogen hergestellten Kieselsäure gemäß Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, daß man pyrogen hergestellte Kieselsäure auf bekanntem Wege hydrophobiert und anschließend verdichtet. 10
 3. Verwendung der hydrophobe, pyrogen hergestellte Kieselsäure gemäß Anspruch 1 zur Herstellung von Dispersionen. 15
- 20
- 25
- 30
- 35
- 40
- 45
- 50
- 55
- 60
- 65

- Leerseite -